SNI 01-1561-1989

Standar Nasional Indonesia

Cara uji pentosan kayu

ICS 85.020

Badan Standardisasi Nasional

CARA UJI
KADAR PENTOSAN DALAM KAYU

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, cara pengambilan contoh dan cara uji kadar pentosan dalam kayu. Pengujian dapat dilakukan dengan cara gravimetri atau kolorimetri.

2. DEFINISI

Pentosan adalah bagian dari karbohidrat yang bukan selulosa, terdiri dari rantai pentosan terutama xilan dan sedikit araban.

3. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Pengambilan contoh kayu dilakukan menurut SII 1289-85, *Cara Pengambilan dan Penyediaan Contoh Kayu Pulp Berbentuk Gelondongan Untuk Pengujian.*

4. CARA UJI

4.1. Prinsip

Pentosan dalam kayu dihidrolisa dengan asam klorida mendidih. Furfural yang terjadi dipisahkan dari campurannya dengan cara distilasi. Banyaknya furfural dalam distilat ditentukan dengan cara gravimetri menggunakan pereaksi larutan floroglusinol atau cara kolorimetri menggunakan pereaksi larutan orsinol feri-klorida. Pentosan dihitung dari hasil konversi furfural atau xilan.

4.2. Bahan

4.2.1. Cara gravimetri

4.2.1.1. Asam klorida (HCl) 3,85 N ± 0,05 N
Encerkan 315 ml asam klorida pekat p.a. (massa jenis 1,19) dengan air suling sampai 1000 ml.

4.2.1.2. Larutan floroglusinol $C_6H_3(OH)_3$
Larutkan 11 gram floroglusinol p.a. dalam asam klorida 3,85 N sampai 1500 ml. Simpan larutan selama satu minggu lalu saring.

4.2.1.3. Larutan anilin asetat
Encerkan larutan anilin ($C_6H_5NH_2$) p.a. dengan air suling dalam jumlah yang sama, kemudian tambahkan asam asetat (CH_3COOH) p.a. sedikit demi sedikit sampai larutan jernih.

4.2.1.4. Etanol (C_2H_5OH) 95 %

4.2.1.5. Parafin

4.2.2. Cara kolorimetri

4.2.2.1. Asam klorida (HCl) 3,85 N ± 0,05 N

4.2.2.2. Larutan orsinol feri klorida

Larutkan 0,40 gram orsinol [$CH_3C_6H_3(OH)_2$] p.a. dan 0,50 gram feri klorida ($FeCl_3.6H_2O$) p.a. dalam asam klorida 11 N pada labu seukuran 1000 ml sampai tanda batas.
Asam klorida 11 N dipersiapkan dengan mengencerkan 912 ml asam klorida pekat p.a.(massa jenis 1,19) dengan air suling sampai 1000 ml.

Catatan : Simpan larutan dalam lemari es.
Penyimpanan tidak boleh lebih dari 2 minggu.

4.2.2.3. Etanol (C_2H_5OH) 95 %

4.2.2.4. Natrium klorida (NaCl) p.a.

4.2.2.5. Xilosa ($C_5H_{10}O_5$) murni

4.2.2.6. Es

4.3. Peralatan

4.3.1. Cara gravimetri

4.3.1.1. Alat distilasi terdiri dari :
- Labu didih alas bulat 500 ml
- Corong pisah 250 ml, berskala pembagi
- Kondensor graham dengan panjang 300 mm atau yang setara
- Gelas ukur 500 ml, untuk menampung distilat
- Corong kecil dan kertas saring, untuk menyaring distilat

4.3.1.2. Pemanas yang dapat diatur suhu pemanasannya

4.3.1.3. Penangas air

4.3.1.4. Neraca analitis dengan ketelitian 0,1 mg

4.3.1.5. Lemari pengering

4.3.1.6. Gelas ukur 50 ml

4.3.1.7. Gelas piala 500 ml

4.3.1.8. Cawan Gooch

4.3.1.9. Desikator

4.3.2. Cara kalorimetri

4.3.2.1. Sama dengan 4.3.1.1. sampai dengan 4.3.1.4.

4.3.2.2. Termostat yang dapat diatur pada suhu 20°C

4.3.2.3. Alat pencatat waktu

4.3.2.4. Lemari pengering vakum

4.3.2.5. Spektrofotometer cahaya tampak

4.3.2.6. Labu seukuran 50 ml, 250 ml dan 1000 ml

4.3.2.7. Pipet seukuran 5 ml dan 25 ml

4.4. Persiapan Contoh Uji

Tentukan kadar air contoh uji menurut SII 0532-81, *Cara Uji Kadar Air Kayu, Pulp, Kertas dan Karton.*

4.5. Prosedur

4.5.1. Cara gravimetri

4.5.1.1. Timbang 1 gram contoh uji kayudaun atau 2 gram kayujarum dan masukkan contoh uji ke dalam labu distilasi.

4.5.1.2. Tambahkan 100 ml asam klorida 3,85 N dan beberapa butir batu didih. Beri tanda batas permukaan larutan kemudian pasangkan pada alat distilasi.

Catatan : Untuk mencegah terjadinya gelembung dapat ditambahkan sedikit parafin.

4.5.1.3. Isi corong pisah dengan asam klorida 3,85 N sampai tanda batas dan pasang kondensor

4.5.1.4. Lakukan pemanasan dan atur kecepatan distilasi sehingga diperoleh kira-kira 25 ml distilat per 10 menit. Tampung distilat melalui corong yang dilengkapi kertas saring ke dalam gelas ukur 500 ml.

4.5.1.5. Pertahankan volume larutan dalam labu distilasi dengan mengatur penambahan asam klorida dari corong pisah

4.5.1.6. Hentikan distilasi setelah diperoleh distilat sebanyak 270 ml. Lakukan pengujian furfural dalam distilat tetes terakhir dengan cara meneteskannya pada kertas saring yang telah dibasahi larutan anilin asetat. Apabila timbul warna merah jambu lanjutkan distilasi sampai distilat terakhir

tidak mengandung furfural (volume distilat maksimal 360 ml).

4.5.1.7. Tuangkan distilat secara kuantitatif ke dalam gelas piala yang telah berisi 40 ml larutan floroglusinol. Bila volume total belum mencapai 400 ml, tambahkan asam klorida 3,85 N dan aduk. Diamkan selama 16 jam.

4.5.1.8. Lakukan pengujian furfural terhadap cairan jernih di atas endapan. Apabila timbul warna merah jambu tambahkan larutan floroglusinol sampai terjadi pengendapan sempurna.

4.5.1.9. Lakukan penyaringan dengan menggunakan cawan Gooch dengan kertas saring dan asbes sebagai media penyaring. Cawan Gooch dan media penyaring telah diketahui berat keringnya Cuci endapan dengan 150 ml air suling.

4.5.1.10. Keringkan cawan Gooch yang berisi endapan dalam lemari pengering pada suhu 105°C ± 3°C selama 2 jam, kemudian didinginkan.

4.5.1.11. Tempatkan cawan Gooch yang berisi endapan ke dalam gelas piala 100 ml, tambahkan 20 ml etanol 95 % ke dalam cawan Gooch kemudian tempatkan dalam penangas air 60°C dan biarkan selama 10 menit.

4.5.1.12. Keluarkan gelas piala dan cawan Gooch kemudian lakukan pengisapan untuk menghilangkan etanol.

4.5.1.13. Ulangi pengerjaan 4.5.1.11. dan 4.5.1.12. sampai larutan etanol tidak berwarna

4.5.1.14. Keringkan cawan Gooch yang berisi endapan dalam lemari pengering pada suhu 105°C ± 3°C selama 4 jam.
Dinginkan dalam desikator dan timbang. Ulangi pengeringan dan penimbangan sampai diperoleh berat tetap (a).

4.5.2. Cara kolorimetri untuk xilan

4.5.2.1. Timbang ± 5 gram contoh uji kayudaun atau kayujarum, kemudian lakukan ekstraksi alkohol-benzena menurut SII 1293-85, *Cara Uji Kadar Sari (Ekstrak Alkohol Benzena)*.

4.5.2.2. Timbang contoh uji 4.5.2.1. 0,2 - 0,3 gram untuk kayudaun atau 0,5 - 0,7 gr untuk kayujarum, masukkan contoh uji ke dalam labu distilasi.

4.5.2.3. Tambahkan 100 ml asam klorida 3,85 N, 20 g natrium klorida dan beberapa butir batu didih. Beri tanda batas permukaan larutan

4.5.2.4. Isi corong pisah dengan asam klorida 3,85 N sampai tanda

batas dan pasang kondensor.

4.5.2.5. Lakukan pemanasan dan atur kecepatan distilasi sehingga diperoleh kira-kira 25 ml distilat per 10 menit. Tampung distilat ke dalam labu seukuran 250 ml yang ditempatkan dalam termostat 20°C.

4.5.2.6. Pertahankan volume larutan dalam labu distilasi dengan mengatur penambahan asam klorida dari corong pisah. Hentikan distilasi bila distilat telah mencapai 225 ± 10 ml.

4.5.2.7. Tambahkan asam klorida 3,85 N ke dalam distilat sampai tanda batas, kemudian kocok.

4.5.2.8. Pipet 5 ml larutan 4.5.2.7. ke dalam labu seukuran 50 ml dan tambahkan 25 ml larutan orsinol feri klorida. Kocok dan tempatkan labu dalam penangas air 25°C, kemudian biarkan selama 60 menit ± 5 menit.

4.5.2.9. Tambahkan etanol sampai tanda batas. Kocok dan tempatkan kembali labu dalam penangas air dan biarkan selama 60 menit ± 5 menit.

4.5.2.10. Lakukan pembuatan larutan blanko sesuai dengan 4.5.2.8. sampai dengan 4.5.2.9. dengan menggunakan asam klorida 3,85 N sebagai pengganti distilat.

4.5.2.11. Pengukuran secara spektrofotometrik

- Atur jarum hingga absorbansi menunjukkan titik nol dengan menggunakan larutan blanko (4.5.2.10.)
- Ukur absorbansi larutan yang diuji dan catat nilainya.
- Tentukan jumlah xilan dalam larutan yang diuji dengan menggunakan kurva kalibrasi (c).

4.6. Perhitungan

4.6.1. Cara gravimetri

Kadar pentosan dihitung sebagai berikut :

$$X = \frac{(a + 0,0052) . f}{b} . 100$$

dimana :

X adalah kadar pentosan, dinyatakan dalam persen

a adalah berat endapan kering tanur, dinyatakan dalam gram

b adalah berat contoh uji kering tanur, dinyatakan dalam

0,0052 adalah faktor kelarutan furfural floroglusinol

f adalah faktor koreksi yang bernilai :

0,8949 bila a lebih kecil dari 0,03 gram

0,8866 bila a 0,03 - 0,30 gram

0,8824 bila a lebih besar dari 0,30 gram

4.6.2. Cara kolorimetri

Kadar pentosan dihitung sebagai berikut :

$$X = \frac{c}{10.d}$$

dimana :

X adalah kadar pentosan sebagai xilan, dinyatakan dalam perse

c adalah xilan dalam larutan yang diuji, dinyatakan dalam miligram;

d adalah berat contoh uji kering tanur, dinyatakan dalam gram;

4.7. Laporan Hasil Uji

Laporkan nilai kadar pentosan sebagai nilai rata-rata dari sekurang-kurangnya dua kali pengujian, dinyatakan dalam persen (%), dengan ketelitian satu desimal untuk cara gravimetri, dan dua desimal untuk cara kolorimetri. Laporkan pula cara yang digunakan.

LAMPIRAN

PEMBUATAN KURVA KALIBRASI

1. Pembuatan Larutan Baku Kolorimetrik

   - Keringkan xilosa dalam lemari pengering vakum pada suhu 60°C selama ± 3 jam.
   - Timbang xilosa berturut-turut 10 mg, 20 mg, 40 mg, 60 mg, 80 mg dan 100 mg dengan ketelitian 0,1 mg, kemudian masukkan ke dalam labu distilasi
   - Lakukan pengerjaan seperti pada 4.5.2.3. sampai dengan 4.5.2.9.

2. Pembuatan kurva kalibrasi

   - Atur jarum penunjuk alat spektrofotometer pada titik nol.
   - Atur jarum hingga absorbansi menunjukkan titik nol pada panjang gelombang 630 nm dengan menggunakan larutan blanko (4.5.2.10.)
   - Ukur absorbansi larutan baku dan catat nilainya. Lakukan terlebih dahulu pengaturan titik nol dengan menggunakan larutan blanko pada setiap pengukuran.
   - Buat kurva kalibrasi yaitu grafik hubungan antara miligram xilan yang diperoleh dari xilosa sebagai absis terhadap absorbansi sebagai ordinat.

   Berat xilan dihitung berdasarkan persamaan :

   $$\text{xilan (mg)} = \text{xilosa (mg)} \times 0{,}88$$